

УДК: 669.295:539.2

**СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
НАНОСТРУКТУРНОГО ЛИСТА ИЗ ТИТАНА VT1-0,
ПОЛУЧЕННОГО ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКОЙ²⁾****Н.В. Лопатин, Г.С. Дьяконов, С.В. Жеребцов, Г.А. Салищев**

Белгородский государственный университет

ул.Победы, 85, г.Белгород, 308007, Россия, e-mail: salishchev@bsu.edu.ru

Проведены исследования эволюции микроструктуры титана VT1-0 при холодной прокатке и процесса изготовления из него наноструктурированных листов большого формата. Показано, что двойникование способствует измельчению микроструктуры титана с формированием зёрненно-субзёрненной структуры со средним размером элементов 400-500 нм. Установлено, что изменение направления прокатки на переходах способствует увеличению доли высокоугловых границ. Прокатанные по такому маршруты ленты имеют более высокие механические свойства и однородную структуру, чем листы, прокатанные с меньшим количеством поворотов заготовки. Обсуждаются причины влияния маршрута прокатки на структуру и механические свойства титана. Рассматриваются возможности технологий на основе прокатки для получения большеформатных наноструктурированных листов из титана.

Ключевые слова: наноструктура, титан, прокатка, лист, двойникование, технология, механические свойства.

1. Введение

Высокая протяженность границ зёрен/фрагментов в наноструктурированных материалах существенно увеличивает вклад зёрнограницной составляющей диффузии [1], что дает основание для их использования как связующего элемента при изготовлении слоистых композиционных материалов. Элементами, обеспечивающими соединение материалов, могут служить наноструктурированные тонкие листы определенных металлов и сплавов. Между тем, проблема получения наноструктурированных листов остается всё ещё во многом не решенной. Ранее для ряда материалов использовали двухэтапную обработку, которая включает предварительное наноструктурирование заготовок одним из методов интенсивной пластической деформации, например, равноканальным угловым прессованием или всесторонней ковкой, и последующую их прокатку [2]. Таким методом получали тонкие ленты, однако, очевидные трудности масштабирования заготовок под прокатку методами интенсивной пластической деформации, особенно, для таких труднодеформируемых материалов, каковыми являются титановые сплавы, не позволяют решить главную задачу изготовления полноразмерных листов.

Основным изменением микроструктуры в металлах при больших деформациях является её фрагментация, приводящая к формированию смешанной зёрненно-субзёрненной структуры [3]. Значительное измельчение микроструктуры, наблюдающееся в ходе этого процесса, даёт существенный рост прочности. Большие деформации могут быть созданы и

²⁾Работа выполнена в рамках реализации ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009 - 2013 годы, ГК № П2143 от 05 ноября 2009 г. "Исследование и разработка технологий получения листов из титановых сплавов с улучшенными физикомеханическими свойствами для функционального и конструкционного применения".

при помощи прокатки [1]. Однако, исследования в этом направлении практически отсутствуют. В частности, в металлах, испытывающих механическое двойникование, процесс фрагментации может быть ускорен благодаря перестройке при пластической деформации двойниковых границ в высокоугловые. Однако, такие параметры микроструктуры, формирующейся после прокатки, как размер зёрен/субзёрен, их распределение по размерам, тип формирующейся текстуры, доля высокоугловых границ остаются во многом неисследованными. Кроме того, в таких материалах, как титан можно ожидать значительные внутренние напряжения, которые будут наиболее сильно проявляться при масштабировании листов, вызывая в них коробоватость. Всё это требует проведения исследований в направлении получения посредством обычной прокатки наноструктурированных листов из востребованных промышленностью материалов, например, из таких, как титан. Целью настоящей работы являлось исследование возможностей изготовления холодной прокаткой листов из титана ВТ1-0 с размерами 250x500x0,3 мм, а также исследование их структуры и механических свойств.

2. Материалы и методика

В качестве материала исследований был взят титан марки ВТ1-0 в виде листа размером 4x400x920 мм, изготовленный ОАО "Корпорация ВСППО-АВИСМА" по ГОСТ 1-90013-81 с химическим составом, представленным в табл. 1. Механические свойства титана: $\sigma_B=42.8$ кгс/мм², $\delta=49.3\%$.

Таблица 1

Химический состав титана ВТ1-0 (вес.%) в состоянии поставки

Ti	Al	Si	Fe	C	O ₂	N ₂	H ₂	Сумма остальных примесей
осн.	0.010	0.002	0.120	0.004	0.143	0.003	0.0008	0.077

Из листа были вырезаны заготовки размерами 114x114x4 мм для последующей прокатки на шестивалковом стане листовой прокатки листов размерами 250x500x0,3 мм. Диаметр рабочих валков – 70 мм, ширина бочки – 300 мм. Для отработки режимов и проведения сравнительного исследования структуры и механических свойств были вырезаны также заготовки размерами 35x60 мм для прокатки лент размерами 50x500x0,3 мм. Суммарная степень деформации при прокатке в обоих случаях составила 92,5%. Металлографические исследования исходных и деформированных образцов были выполнены с использованием метода анализа дифракции обратно-рассеянных электронов (EBSD), который был реализован на растровом микроскопе Quanta 200 3D. Шаг сканирования при EBSD выбирали из условия расположения не менее 10 точек в продольном сечении зерна. Механические испытания на растяжение образцов проводили согласно ГОСТ 11701-84 на универсальной испытательной машине Instron 5882 при комнатной температуре со скоростью перемещения траверсы 1 мм/мин. Образцы вырезались вдоль и поперек направления прокатки. Измерение геометрических размеров образцов было выполнено с помощью инструментального микроскопа Olympus STM6. Измерения микротвёрдости осуществлялись с использованием микротвёрдомера Wolpert 402MVD в соответствии с ГОСТ 9450-76. Нагрузка при вдавливании пирамидки составила 50 г, время выдержки – 10 с.

3. Результаты исследований

Микроструктура титана в состоянии поставки состояла из равноосных зёрен со средним размером 15 мкм. Такая микротекстура является типичной для рекристаллизованного листового материала. Видно, что она имеет базисный тип с ориентировкой максимумов относительного направления прокатки на 30 градусов [4]. Распределение взаимной разориентировки зёрен представлено на рис. 1в. Видно, что доля высокоугловых границ равна 87%.

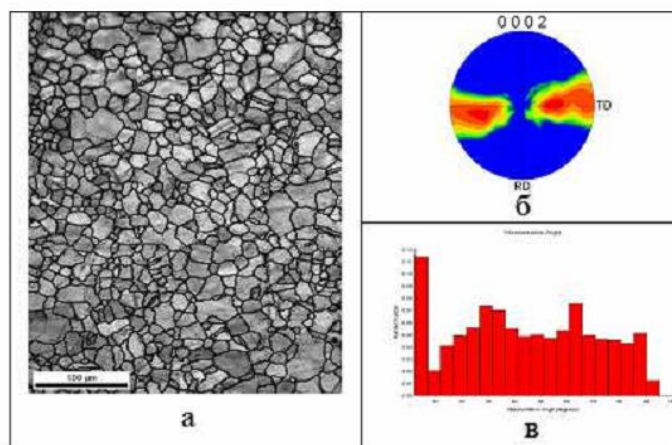


Рис. 1. Микроструктура титана ВТ1-0 в состоянии поставки (а – микроструктура, б – микротекстура, в – распределение разориентировок границ зёрен).

С целью отработки режимов прокатки, принимая во внимание важную роль механического двойникового в процессе формирования наноструктурного состояния [4], было проведено исследование эволюции микроструктуры титана (рис. 1а-1е). Для этого была проведена прокатка образцов в направлении прокатки исходного материала до степени 92,5%. Видно, что уже при степени деформации 1% (рис. 1а) в материале активизируется процесс механического двойникового, в теле зёрен появляются двойники линзообразной формы. С ростом степени деформации двойникование в титане активно развивается, внутри зёрен возникают новые двойники, причём разных систем, которые сталкиваются и пересекаются друг с другом (рис. 1 б,в). Однако, двойникование протекает неравномерно, даже при степени деформации 30% обнаруживаются недвойникованные зёрна, что, по-видимому, связано с их неблагоприятной ориентировкой для развития двойникового. К 60% деформации как зёрна, так и двойники практически теряют свою исходную форму (рис. 1г). Двойники искривляются, дробятся на отдельные части. Часть исходных границ зёрен практически не различима. При дальнейшем увеличении степени деформации, по данным электронно-микроскопического анализа, формируется смешанная зёренно-субзёренная микроструктура.

В табл. 2 приведены результаты исследования зависимости доли малоугловых, высокоугловых, двойниковых границ и среднего расстояния между границами от степени деформации титана. Видно, что уже к 15% резко уменьшается доля высокоугловых границ и увеличивается доля малоугловых и двойниковых. Причём, при дальнейшей деформации до 30% доля двойниковых границ практически не меняется. Оценка доли границ

различного типа при степени 92,5% показала, что доля высокоугловых границ осталась практически прежней 47%, а двойниковые границы обнаружены не были. Было проведено определение среднего расстояния между границами различных типов при разных степенях деформации в диапазоне 5-30% (табл. 2). Двойникование в значительной мере измельчает микроструктуру, наименьшее расстояние между границами было получено при 30% деформации. Оценки этого параметра методом EBSD при больших степенях деформации затруднены из-за значительного усложнения картины микроструктуры. Средний размер зёрен/субзёрен, полученный при 92,5%, был равен 500 нм.

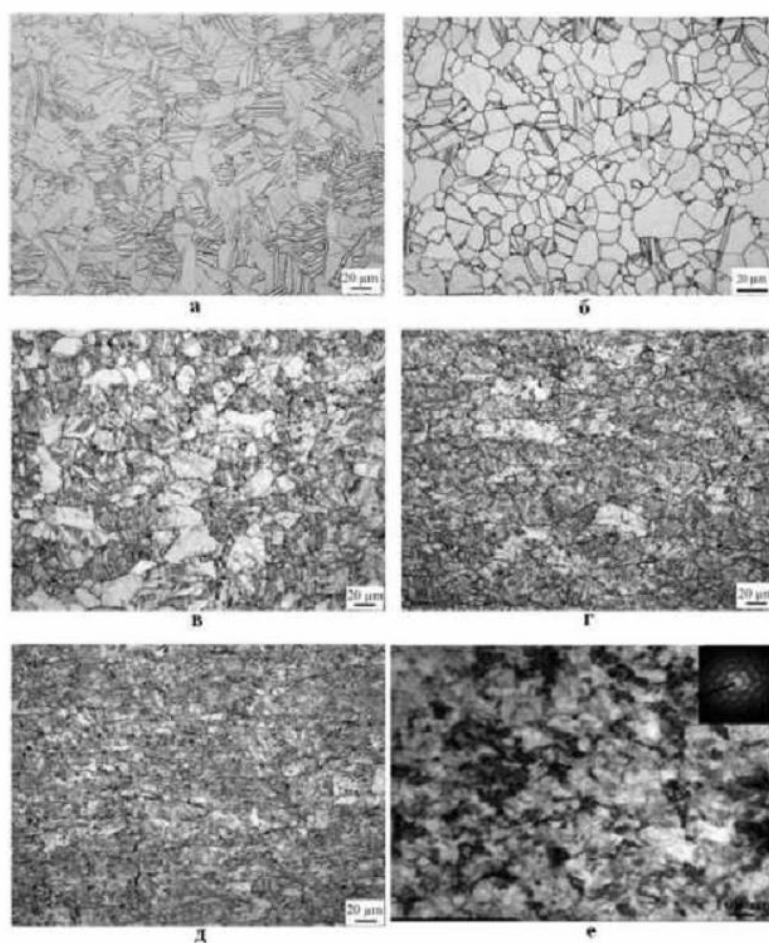


Рис. 2. Эволюция микроструктуры титана ВТ1-0 в ходе прокатки при комнатной температуре:
а – 1%; б – 10%; в – 30%; г – 60%; д – 80%; е – 92,5%.

Таблица 2

Зависимость доли малоугловых, высокоугловых, двойниковых границ и среднего расстояния между границами от степени деформации титана ВТ1-0

Степень деформации, %	Доля малоугловых границ (2 – 15°), %	Доля высокоугловых границ (15 – 180°), %	Доля двойниковых границ, %	Среднее расстояние между границами, мкм
0	13	87	0	17
5	16	84	57	7,5
10	22	78	65	5,3
15	53	47	74	3,5
20	57	43	75	3,7
30	64	35	77	2,7

Полученные результаты относительно эволюции микроструктуры позволяют предположить, что можно интенсифицировать процесс формирования наноструктурного состояния титана путём включения в пластическое течение с уже начальных степеней деформации возможно большего числа зёрен. В связи с этим, были предложены два режима прокатки: первый был использован при прокатке лент, а второй – при прокатке листов (табл. 3). Лента была прокатана в несколько проходов с различными степенями деформации, причём на каждом из проходов направление прокатки менялось на 90°. Лист был прокатан с изменением направления прокатки после степени деформации 62%.

Таблица 3

Режимы прокатки титана ВТ1-0 для получения ленты и листа

Режимы прокатки	Степень деформации до изменения направления прокатки, %	Степень деформации после изменения направления прокатки, %	Суммарная степень деформации, %
1. Лента	5; 5; 15	89	92,5
2. Лист	62	80	92,5

На рис. 3 представлены прокатанные ленты с размерами 50x500x0,3 мм и лист – 250x500x0,3 мм. Отметим, что и лист, и лента деформировались вплоть до конечной степени деформации без образования трещин. Однако, на обоих образцах была отмечена значительная коробоватость, свидетельствующая о значительных внутренних напряжениях в материале.



Рис. 3. Фотографии ленты и листа титана VT1-0 (а – 50x500x0.3, б – 250x500x0.3).

Исследование микроструктуры ленты и листа выявило существенную неоднородность в размерах структурных элементов, формирующихся в процессе прокатки (рис. 4). Видно, что в листе (рис. 4б) присутствуют заметно более крупные зёрна. Установлено, что объёмная доля зёрен размером более 1 мкм в ленте составляет 12%, тогда как в листе – 22%. При этом средний размер зёрен/субзёрен в ленте – 400 нм, тогда как в листе – 500 нм. Доля высокоугловых границ в листе была равна 47%, а в ленте существенно больше – 62%. Отметим, что тип кристаллографической текстуры практически одинаков в обоих образцах и близок к исходной, различие лишь в большей остроте максимумов.

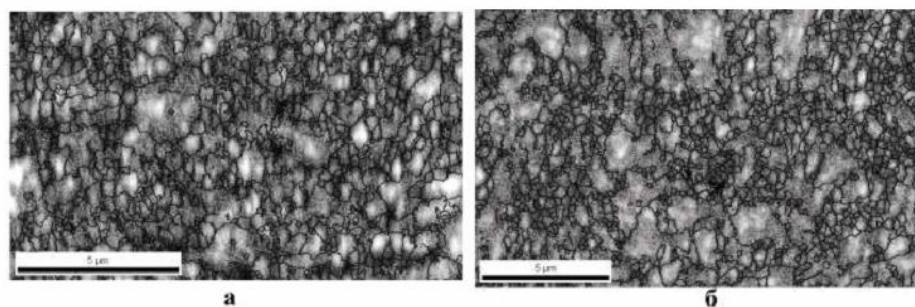


Рис. 4. Микроструктура ленты (а) и листа (б) из титана VT1-0 после прокатки на степень 92,5%. EBSD-изображение.

Для оценки механических свойств ленты и листа были проведены испытания на растяжение образцов (см. табл. 4). Из полученных результатов видно, что при формировании наноструктурного состояния прочностные характеристики существенно возрастают

по сравнению с исходным состоянием. Отмечается их рост почти в два раза, но при этом пластичность падает с 49,3% до 3-5%. Практически отсутствует анизотропия механических свойств. Между тем заметно различие в механических свойствах ленты и листа. В ленте почти на 100 МПа выше как предел текучести, так и предел прочности. Наблюдаемое различие может быть связано с разницей в микроструктурном состоянии ленты и листа. Действительно, наличие большей доли крупных зёрен в листе будет вести к снижению в нем прочностных характеристик.

Таблица 4

Механические свойства ленты и листа из титана BT1-0

Виды обработки образца	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
В состоянии поставки	-	428	49,3
Лента 40x500x0.3. Вдоль направления прокатки	790	952	5,6
Лента 40x500x0.3. Поперек направления прокатки	750	953	3,6
Лист 250x500x0.3. Вдоль направления прокатки	682	857	4,7
Лист 250x500x0.3. Поперек направления прокатки	644	834	4,8

Известно, что микротвёрдость титана зависит как от плотности дефектов кристаллического строения, так и от уровня внутренних напряжений. Таким образом, измерения микротвёрдости после термической обработки позволяют определить температуру отжига, необходимую, с одной стороны, для снятия внутренних напряжений, с другой стороны, не приводящей к существенному разупрочнению металла.

На рис. 5 представлен график изменения микротвёрдости. Видно, что существенное снижение микротвёрдости происходит после отжига при температуре 400°C. Отметим, что начало падения микротвёрдости наблюдается при температуре, равной 250°C. Увеличение микротвёрдости в интервале отжигов 200 – 400°C связано со старением материала.

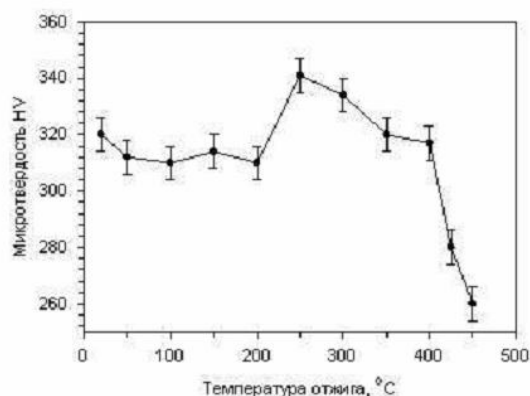


Рис. 5. Влияние термической обработки на микротвёрдость полученных листов.

4. Обсуждение

Результаты исследования показывают, что двойникование в титане способствует протеканию фрагментации микроструктуры и образованию в нём наноструктурного состояния. Между тем, доля высокоугловых границ, уменьшающаяся с началом деформации за счёт формирования малоугловых границ, практически, не меняется вплоть до самых больших степеней прокатки. Это означает, что в процессе прокатки в исследованном диапазоне степеней деформации не происходит существенных по интенсивности процессов формирования зёрен с высокоугловыми границами, например, при двойниковании или при образовании границ деформационного происхождения при фрагментации. В то же время было установлено, что при поворотах образца от перехода к переходу при прокатке доля высокоугловых границ заметно увеличивается. В ленте, которая была подвергнута подобному маршруту обработки, отмечена более однородная микроструктура и более высокие прочностные характеристики. Данный результат показывает, что поворот образца, который используется в различных схемах интенсивной пластической деформации для получения более однородной микроструктуры, эффективен и при прокатке. Возникающие при изменении направления деформирования, пересечения границ деформационного происхождения способствуют, по-видимому, более быстрому формированию новых зёрен в титане, что было отмечено в работе по росту доли высокоугловых границ. Таким образом, технология наноструктурирования титана при листовой прокатке должна учитывать поворот заготовки на переходе как важный элемент процесса. В работе впервые были прокатаны листовые карточки из титана ВТ1-0 больших размеров 250x500x0.3 мм, которые показали удовлетворительные механические свойства и параметры микроструктуры. Однако, очевидны возможности совершенствования процесса с точки зрения оптимизации режимов для повышения качества листов.

5. Выводы

1. Исследована эволюция микроструктуры титана ВТ1-0 при листовой прокатке. Показано, что двойникование способствует формированию зёрно-субзёрненной структуры со средним размером структурных элементов 400-500 нм. Доля высокоугловых границ после уменьшения за счёт образования малоугловых границ на начальной стадии прокатки, практически, не меняется при дальнейшей степени деформации.

2. Показано, что изменение направления прокатки на переходах способствует увеличению доли высокоугловых границ. Прокатанные по такому маршруту ленты имеют более высокие механические свойства и однородную структуру, чем листы, прокатанные с меньшим количеством поворотов заготовки.

3. Впервые прокатаны наноструктурированные листы из титана ВТ1-0 больших размеров – 250x500x0.3 мм с прочностными свойствами, в два раза превышающими прочностные свойства в состоянии поставки, но при заметно более низкой пластичности.

Литература

1. Валиев Р.З. Объёмные наноструктурные металлические материалы / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – М.: ИКЦ "Академкнига", 2007. – 398 с.

2. Малышева С.П., Салищев Г.А., Бецофен С.Я. Особенности холодной прокатки, структура и механические свойства листовых полуфабрикатов из технического титана с субмикроструктурной структурой // *Металлы*. – 2003. – 5. – С.75-86.
3. Рыбин В.В. Большие пластические деформации разрушение металлов / В.В. Рыбин. – М.: Металлургия, 1986. – 224 с.
4. Hans Conrad. Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium // *Progress in Materials Science*. – 26. – P.123-403.

**STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES
OF NANOSTRUCTURED SHEET OF TITANIUM VT1-0
PRODUCED BY COLD ROLLING**

N.V. Lopatin, G.S. Djyakonov, S.V. Zhrebtsov, G.A. Salishchev

Belgorod State University
Pobedy St., 85, Belgorod, 308015, Russia, e-mail: salishchev@bsu.edu.ru

Evolution of the microstructure of titanium VT1-0 during cold rolling and producing of large-scale nanocrystalline sheets were investigated. It was shown that twinning promotes the microstructure refinement that may result in the formation of (sub)grain structure with the mean size of elements of 400-500 nm. Changes in the rolling direction were found to be increasing the fraction of high-angle boundaries. The sheets which were rolled with changing of rolling direction have higher mechanical properties and much more homogeneous structure than those without or with less number of turns during rolling. The influence of deformation path on the structure and properties of titanium are discussed. Capacity of the rolling technologies for producing large-scale nanostructured sheets of titanium is considered.

Keywords: nanostructure, titanium, rolling, sheet, twinning, technology, mechanical properties.